

3/5/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI

(c) 2006 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009884111

WPI Acc No: 1994-164025/ 199420

XRAM Acc No: C94-075129

Vacuum-use fluorine rubber - is used in a sealant of high vacuum system

Patent Assignee: NIPPON VALQUA KOGYO KK (NIVA-N); ULVAC CORP (ULVA)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 6107803	A	19940419	JP 92256534	A	19920925	199420 B
JP 3219254	B2	20011015	JP 92256534	A	19920925	200164

Priority Applications (No Type Date): JP 92256534 A 19920925

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 6107803	A		6	C08J-003/24	
JP 3219254	B2		6	C08J-003/24	Previous Publ. patent JP 6107803

Abstract (Basic): JP 6107803 A

In vacuum-use fluorine rubber, an out-gas release after 12hrs in atmos. of 1×10^5 - 1×10^8 Torr at ordinary temp. is up to 1×10^{-7} Torr-1/sec- cm^2 per unit area. Also claimed is the amt. extracted from the rubber by MEK at ordinary temp. for 24hrs which is up to 0.02g/ cm^3 per unit area. Mfr. comprises contacting a crosslinked rubber and a solvent. Solvent is water.

USE/ADVANTAGE - Used in a sealant of high vacuum system. Prod. enables high vacuum in short time and causes no contamination of devices to be treated. No particles grow in a CVD device.

In an example, F-rubber = VdF and hexafluoropropylene (77/23 mol% ratio). Average mol. wt. = 100,000. Compsn. 100pts F-rubber. MgO 3pts. Carbon black 30pts. Ca(OH)₂. Vulcanisation accelerator (quart. ammonium salt) 1pt. Vulcanisation agent (bisphenol AF) is 1 wt% per rubber. Vulcanisation : 10min at 30kg/ cm^2 , 170 deg. C and then 24hrs at 230 deg. C at ordinary pressure. Outgas release = 2.0×10^{-6} Torr-1/sec- cm^2 for an O-ring surface after 12hrs under atmos. of 1×10^5 - 1×10^8 Torr. Extracted amt. in MEK for 24hrs = 0.005g/ cm^3 . Performances in the vacuum chamber were all satisfactory.

Dwg. 0/0

Title Terms: VACUUM; FLUORINE; RUBBER; SEAL; HIGH; VACUUM; SYSTEM

Derwent Class: A14; A88; L03

International Patent Class (Main): C08J-003/24

International Patent Class (Additional): C08F-214/18; C08J-003/00;

C08K-003/22; C08K-005/00; C08L-027/12; C08L-027-12

File Segment: CPI

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-107803

(43)公開日 平成6年(1994)4月19日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 3/24	C E Q Z	9268-4F		
C 0 8 F 214/18	M K K	9166-4J		
C 0 8 J 3/00	C E Q	9268-4F		
C 0 8 K 3/22				
5/00	K J H	7242-4J		

審査請求 未請求 請求項の数 4(全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平4-256534

(22)出願日 平成4年(1992)9月25日

(71)出願人 000229564

日本バルカー工業株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

(71)出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72)発明者 小日向 久 治

静岡県裾野市須山1220-14 日本真空技術

株式会社裾野工場内

(72)発明者 左 村 義 隆

大阪府八尾市安中町5丁目5番5号 日本

バルカー工業株式会社技術研究所内

(74)代理人 弁理士 鈴木 俊一郎

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 真空用フッ素ゴム並びにその製造方法

(57)【要約】

【構成】本発明の真空用フッ素ゴムは、常温で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの雰囲気下で12時間放置後のアウトガス放出量が、単位表面積当り 1×10^{-7} Torr・l/sec・cm²以下であることを特徴とする。また本発明の真空用フッ素ゴムは、メチルエチルケトン溶剤に常温で24時間浸漬した場合における、フッ素ゴムからの抽出量が単位体積当り0.02 g/cm³以下であることを特徴とする。このようなフッ素ゴムは、例えば、架橋されたフッ素ゴムを水などの溶剤と接触させることにより得られる。

【効果】本発明の真空用フッ素ゴムでは、高真空中に置かれても放出ガス量が少ない。該真空用フッ素ゴムをシール材に用いれば、短時間でチャンバー内を高真空状態にすることができ、しかもチャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物は汚染されず、またCVD装置内にパーティクルが生成することもない。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 常温で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの雰囲気下で12時間放置後のアウトガス放出量が、単位表面積当り 1×10^{-7} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下であることを特徴とする真空用フッ素ゴム。

【請求項2】 メチルエチルケトン溶剤に常温で24時間浸漬した場合における、フッ素ゴムからの抽出量が単位体積当り0.02 g/cm³以下であることを特徴とする真空用フッ素ゴム。

【請求項3】 架橋されたフッ素ゴムを溶剤と接触させることを特徴とする真空用フッ素ゴムの製造方法。

【請求項4】 溶剤が、水であることを特徴とする請求項3に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】本発明は真空用フッ素ゴム並びにその製造方法に関し、さらに詳しくは、真空中での放出ガス（アウトガス）量が少いような真空用フッ素ゴム並びにその製造方法に関する。

【0002】

【発明の技術的背景】従来より、真空装置用のシール材にはフッ素ゴム（FPM）が使用されているが、このフッ素ゴム製シール材は、通常フッ素ゴム配合物を直圧プレスなどにより加熱、加圧して成形した後、二次加硫して製造されている。

【0003】しかしながらこのフッ素ゴム製シール材は真空条件下で使用されると、下記のような問題が生じていた。

（イ）フッ素ゴム製シール材が装着されたチャンバーが汚染される。

（ロ）高真空に至るまでに長時間を要し、真空装置の稼働率が低下してしまう。

（ハ）半導体などの被処理物が汚染されることがある。

（ニ）フッ素ゴム製シール材が装着されたCVD装置などの真空装置内に、パーティクル（粒子）が生成してしまう場合がある。

【0004】そこで本発明者らは、上記問題点を解決すべく鋭意研究したところ、以上のような問題点は、すべてフッ素ゴムから放出されるガスによるものであることを見出し、さらに研究したところ、特定のアウトガス放出量のフッ素ゴムを用いると、上記の問題点を一挙に解決し得ることなどを見出して、本発明を完成するに至った。

【0005】

【発明の目的】本発明は上記のような従来技術に伴う問題点を解決しようとするものであって、真空中での放出ガス量が少い真空用フッ素ゴム並びにその製造方法を提供することを目的としている。

【0006】

【発明の概要】本発明に係る真空用フッ素ゴムは、常温

で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの減圧雰囲気下で12時間放置後のアウトガス放出量が、単位表面積当り 1×10^{-7} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下、好ましくは 5×10^{-8} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下であることを特徴としている。

【0007】また本発明に係る真空用フッ素ゴムは、常温で、メチルエチルケトン溶剤に24時間浸漬した場合における、フッ素ゴムからの抽出物量が単位体積当り0.02 g/cm³以下、好ましくは0.01 g/cm³以下であることを特徴としている。

【0008】本発明に係る真空用フッ素ゴムの製造方法は、架橋されたフッ素ゴムを溶剤と接触させることを特徴としている。本発明においては、上記のフッ素ゴムが、ビニリデンフロライド系ゴムまたは、テトラフロロエチレン-パーフロロビニルエーテル系ゴムであることが好ましい。また、本発明においては、上記の溶剤は水であることが好ましい。

【0009】本発明によれば、上記のように架橋されたフッ素ゴムをたとえば高温の純水などの溶剤と接触させることによって、架橋されたフッ素ゴム中の揮発成分を予め抽出・除去しているので、高真空中に置かれても放出ガス量の少いようなフッ素ゴムが得られる。

【0010】従って、この真空用フッ素ゴムを真空装置のシール材として用いると、短時間でチャンバー内を高真空状態にすることができ、しかもチャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物は汚染されず、またCVD装置内にパーティクルが生成することもない。

【0011】

【発明の具体的説明】以下、本発明に係る真空用フッ素ゴム並びにその製造方法について、具体的に説明する。

【0012】本発明に係る真空用フッ素ゴムは、常温で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの雰囲気下で12時間放置後のアウトガス放出量が、単位表面積当り 1×10^{-7} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下、好ましくは 5×10^{-8} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下である。

【0013】また、本発明に係る真空用フッ素ゴムは、メチルエチルケトン溶剤に常温で24時間浸漬した場合における抽出物量が単位体積当り0.02 g/cm³以下、好ましくは0.01 g/cm³以下である。

【0014】このようなフッ素ゴムでは、架橋フッ素ゴム中の揮発成分が予め抽出・除去されており、真空中あるいは高真空中に置かれても放出ガス量が少い。このようなフッ素ゴムは、例えば、架橋されたフッ素ゴムを溶剤と接触させることにより得られる。

【0015】架橋されたフッ素ゴムを製造するには、下記のようなフッ素ゴム配合物（A1）、フッ素ゴム系熱可塑性エラストマー（A2）などが用いられる。フッ素ゴム配合物（A1）としては、下記のようなフッ素ゴムに必要により加硫剤、加硫助剤、酸捕捉剤、充填剤などが配合されたフッ素ゴム配合物が挙げられる。

【0016】フッ素ゴムとしては、従来公知のものが広

く用いられるが、ビニリデンフロライド系ゴム、テトラフルオロエチレン-ブロビレン系ゴム、テトラフルオロエチレン-パーフルオロビニルエーテル系ゴム、フルオロシリコン系ゴム、フルオロホスファゼン系ゴムなどが挙げられる。

【0017】ビニリデンフロライド系ゴムとして、具体的には、たとえばビニリデンフロライド(VdF)とヘキサフルオロブロビレン(HFP)との共重合ゴム

(例:ダイキン工業製ダイエル G 801)、ビニリデンフロライドとペンタフルオロブロビレンとの共重合ゴム、ビニリデンフロライドとクロロトリフルオロエチレンとの共重合ゴム、ビニリデンフロライド(VdF)とヘキサフルオロブロビレン(HFP)とテトラフルオロエチレン(TFE)の三元共重合ゴム(例:ダイキン工業製ダイエルG-901H、G 901、G 1001)などが挙げられ、テトラフルオロエチレン-ブロビレン系ゴムとしては、たとえばテトラフルオロエチレン(TFE)とブロビレン(Pr)との共重合ゴム(例:旭硝子製ア fras)、テトラフルオロエチレン-パーフルオロビニルエーテル系ゴムとしては、テトラフルオロエチレンとパーフルオロビニルエーテルとの共重合物に少量の架橋用モノマーを共重合してなるゴムが挙げられ、フルオロホスファゼン系ゴムとしては、ジクロロホスフオニトリルの三量体を熱分解してなる長鎖ゴム(PNCI₂)_nと、含フッ素アルコラートとを反応させて得られるゴムが挙げられ、フルオロシリコン系ゴムとしては、メチルトリフルオロプロピルシロキサンとビニルメチルシロキサンとの共重合ゴムが挙げられる。このようなフッ素ゴムの内では、ビニリデンフロライド系ゴム、テトラフルオロエチレン-パーフルオロビニルエーテル系ゴムが好ましい。

【0018】加硫剤としては、アミン系加硫剤(a)、ポリオール系加硫剤(b)、パーオキサイド系加硫剤(c)、トリアジン系加硫剤(d)が挙げられ、アミン系加硫剤(a)として具体的には、たとえばヘキサメチレンジアミンカーバメート、N,N'-ジシナミリデン-1,6-ヘキサンジアミン、ヘキサメチレンジアミン・カルバメートなどが挙げられ、ポリオール系加硫剤(b)としては、ビスフェノールAF、4,4'-ジヒドロキシジフェニルなどが挙げられ、パーオキサイド系加硫剤(c)としては、 α 、 α' -ビス(t-ブチルペルオキシ-m-イソプロピル)ベンゼン(日本油脂製パーブチル P)、2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-ブチルペルオキシ)ヘキサ(日本油脂製パーヘキサ25B)、ジクミルペルオキシド(日本油脂製パークミルD)、2,5-ジメチル-2,5-(t-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3(日本油脂製パーヘキシン25B)、ベンゾイルペルオキシド(日本油脂製ナイパーB)などが挙げられ、トリアジン系加硫剤(d)としては、トリアジンが挙げられる。

【0019】加硫助剤としては、具体的には、たとえば

トリアリルイソシアヌレート(日本化成製タイク)、エチレングリコール・ジメタクリレート(三新化学サンエスエステルEG)、トリメチロールプロパントリメタクリレート(三新化学サンエスエステルTMP)、多官能性メタクリレートモノマー(精工化学製ハイクロスM)、多価アルコールメタクリレートおよびアクリレート、メタクリル酸の金属塩などが挙げられる。

【0020】酸捕捉剤(受酸剤)としては、二価金属の酸化物、水酸化物またはこれらの二価金属化合物と弱酸金属塩との混合物が挙げられる。二価金属としては、具体的にはマグネシウム、カルシウム、鉛、亜鉛などが挙げられる。これらの金属は、酸化物、または水酸化物として、あるいはこれら金属化合物とステアリン酸、安息香酸、炭酸、しゅう酸、亜リン酸などのような弱酸の金属塩との混合物として用いられる。

【0021】このような酸捕捉剤として、さらに具体的には、たとえばCa(OH)₂、MgOなどが挙げられる。加硫促進剤としては、例えば、第四級ホスホニウム塩、第四級アンモニウム塩、8-アルキル(又はアラキル)-1,8-ジアザ-バイシクロ[5.4.0]-7-ウンデセンの第四級アンモニウム塩、アミノホスフィン酸誘導体などが挙げられる。

【0022】充填剤としては、具体的には、たとえばカーボンブラック、硫酸バリウム、酸化チタン、炭酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム(タルク)、ケイ酸アルミニウム(クレイ)などが挙げられる。

【0023】このようなフッ素ゴム配合物では、フッ素ゴム100重量部に対して、加硫剤は0.5~10重量部、好ましくは0.5~5重量部の量で、加硫助剤は、1~20重量部、好ましくは3~10重量部の量で、酸捕捉剤は1~40重量部、好ましくは2~20重量部の量で、加硫促進剤は0.1~10重量部、好ましくは0.3~2重量部の量で、充填剤は1~100重量部、好ましくは5~40重量部の量で用いられる。

【0024】上記のようなフッ素ゴム配合物を調製するには、上記のフッ素ゴムに上記のような量で加硫剤などの各種成分を配合し、たとえばロールにて混練すればよい。なお、このようなフッ素ゴム配合物として、具体的には、たとえば(イ)ビニリデンフロライド系ゴム、アミン系加硫剤、酸捕捉剤、加硫促進剤および充填剤からなるフッ素ゴム配合物、(ロ)ビニリデンフロライド系ゴム、ポリオール系加硫剤、酸捕捉剤、加硫促進剤および充填剤からなるフッ素ゴム配合物、(ハ)ビニリデンフロライド系ゴム、パーオキサイド系加硫剤、加硫助剤および充填剤からなるフッ素ゴム配合物、(ニ)テトラフルオロエチレン-パーフルオロビニルエーテル系ゴム、ポリオール系加硫剤、酸捕捉剤、加硫促進剤および充填剤からなるフッ素ゴム配合物、(ホ)テトラフルオロエチレン-パーフルオロビニルエーテル系ゴム、トリアジン系加硫剤、酸捕捉剤、加硫促進剤および充填剤か

らなるフッ素ゴム配合物などが挙げられる。

【0025】フッ素ゴム系熱可塑性エラストマー(A2)は、室温付近の温度では、ゴム弾性を示し、また加熱によって塑性流動性を示し、エラストマー系ポリマー鎖セグメントと非エラストマー性セグメントとを含んでおり、これらの内で少なくとも一方は含フッ素ポリマー鎖セグメントである。

【0026】このようなフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーとしては、従来公知のものが広く用いられるが、たとえば下記のようなフッ素ゴム成分(エラストマー性ポリマー鎖セグメント)とフッ素樹脂成分(非エラストマー性ポリマー鎖セグメント)とからなるエラストマーが挙げられる。

【0027】エラストマー性ポリマー鎖セグメントとしては、(i)フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレンまたはペンタフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン三元共重合体であって、共重合体100モル%中にフッ化ビニリデン単位が40~90モル%、ヘキサフルオロプロピレンまたはペンタフルオロプロピレン単位が5~50モル%、テトラフルオロエチレン単位が0~35モル%の量で含有されているもの、あるいは(i)

ii)パーフルオロアルキルビニルエーテル-テトラフルオロエチレン-フッ化ビニリデン三元共重合体であって、共重合体100モル%中にパーフルオロアルキルビニルエーテル単位が15~75モル%、テトラフルオロエチレン単位が0~85モル%、フッ化ビニリデン単位が0~85モル%の量で含有されているものなどが挙げられ、これら(i)および(ii)は通常、その分子量が3万~120万程度である。

【0028】非エラストマー性ポリマー鎖セグメントとしては、(iii)フッ化ビニリデン-テトラフルオロエチレン共重合体であって、共重合体100モル%中に、フッ化ビニリデン単位が0~100モル%、テトラフルオロエチレン単位が0~100モル%のもの、あるいは(iv)エチレンとテトラフルオロエチレンとヘキサフルオロプロピレン、3,3,3-トリフルオロプロピレン-1,2-トリフルオロメチル-3,3,3-トリフルオロプロピレン-1またはパーフルオロアルキルビニルエーテルとの多元共重合体であって、共重合体100モル%中に、エチレン単位が40~60モル%、テトラフルオロエチレン単位が60~40モル%、ヘキサフルオロプロピレンなどの単位が0~30モル%のものが挙げられ、これら(ii)

i)および(iv)は通常、その分子量が3000~40万程度である。このフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーに関しては、特開昭53-3、495号公報、特願昭60-109、141号明細書などに詳細に記載されている。

【0029】このようなフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーでは、エラストマー性ポリマー鎖セグメントと非エラストマー性ポリマー鎖セグメントとの比率は重量比で

通常、40~95:60~5程度である。

【0030】またこのようなフッ素ゴムとフッ素樹脂との共重合体すなわちフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーは、たとえばダイエルサーモ(ダイキン工業製)などの商品名で市販されている。

【0031】このフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーから予備成形体を得るには常法に従えばよい。たとえばこのエラストマーを所望形状の金型に充填し加熱し冷却すればよい。この際、上記の加硫剤、充填剤などを前記エラストマー中に通常、添加する必要はないが、場合により、ポリオール、パーオキサイドなどの加硫剤を用いてもよい。

【0032】このようなフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーから得られた予備成形体を放射線にて三次元架橋すると所望の架橋されたフッ素ゴム系熱可塑性エラストマーが得られる。

【0033】またこのように予備成形体を放射線架橋する際には、通常、3~300KGray、好ましくは70~200KGrayの放射線が照射される。放射線としては、X線、ガンマ線、電子線、陽子線、重陽子線、アルファ線、ベータ線等が用いられる。

【0034】溶剤によるアウトガスの抽出

本発明に係る真空用フッ素ゴムは、上記のようなフッ素ゴム配合物(A1)の架橋物あるいはフッ素ゴム系熱可塑性エラストマー(A2)の架橋物と、溶剤とを接触させることにより製造することができる。

【0035】このような架橋されたフッ素ゴムと溶剤とを接触させるには、架橋されたフッ素ゴムを溶剤に浸漬するなどすればよい。このようにすると、真空雰囲気下での使用時に揮発しているような成分を予め抽出・除去することができ、真空条件下での使用時に揮発してくる放出ガス(アウトガス)量が少ないような真空用フッ素ゴムが得られる。

【0036】溶剤としては、有機溶剤、無機溶剤、混合溶剤などが挙げられる。有機溶剤としては、アセトン、メチルエチルケトン(MEK)、アルコールなどの極性溶剤、ベンゼン、トルエンなどの無極性溶剤が挙げられる。このような有機溶剤の内では極性溶剤が好ましく用いられる。このような極性溶剤を用いると、架橋されたフッ素ゴムに該溶媒が浸透しやすいため、真空雰囲気下での使用時に揮発してくるような成分は抽出されやすい。

【0037】無機溶剤としては、水などが挙げられる。混合溶剤としては、水-アセトン混合溶剤、水-アルコール混合溶剤などが挙げられる。これらの溶剤のうちでは環境汚染の問題を有しない水が好ましく用いられる。

【0038】水のうちでは純水が好ましく、特に25℃で測定した比抵抗値が $10 \times 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の純水が好ましい。なお、このような溶剤によるアウトガス抽出の際には、界面活性剤を用いることもできる。界面活性

剤を上記溶剤とともに用いると抽出および洗浄効果が高まり、フッ素ゴムと溶剤との接触時間を短縮することができる。界面活性剤としては、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウムなどが挙げられる。このような界面活性剤は、例えば、水などの溶媒100重量部に対して0.1~1重量部の量で用いられる。

【0039】なお、このような溶剤と架橋されたフッ素ゴムとの接触時間などは、架橋されたフッ素ゴムの組成、使用される溶剤の種類、濃度などにより変動するが、たとえば、上記のような純水を用いる場合には、25℃以上の温度、好ましくは95~100℃の温度に加熱した純水と、0.1時間以上、好ましくは0.3~5時間程度、上記の架橋されたフッ素ゴムとを接触させればよい。

【0040】またこの溶剤処理をする前に、二次加硫をしてもよく、二次加硫をしなくてもよい。このような溶剤処理をされたフッ素ゴムでは、常温(25℃)で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの減圧雰囲気下で12時間保持した後の単位表面積当りのアウトガス放出量は 1×10^{-7} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下、好ましくは 5×10^{-8} Torr \cdot l/sec \cdot cm²以下である。

【0041】またこれらのような処理されたフッ素ゴムでは、常温でメチルエチルケトンの溶剤に24時間浸漬した場合における抽出量が単位体積当り0.02g/cm³以下、好ましくは0.01g/cm³以下である。

【0042】

【発明の効果】本発明に係る上記したようなフッ素ゴムを真空雰囲気下に用いれば、該ゴムからの放出ガス量が少ないため、例えば、短時間でチャンバー内を高真空状態にすることができ、しかもチャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物は汚染されず、またCVD装置内にパーティクルが生成することもない。

【0043】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によりなんら制限されるものではない。

【0044】

【実施例1】下記のような成分組成のフッ素ゴム配合物を調製した。フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンからなる二元系フッ素ゴム(フッ素ゴム100モル%中に、フッ化ビニリデン単位は77モル%、ヘキサフルオロプロピレン単位は23モル%の量で含有されており、フッ素ゴムの平均分子量は100,000である。)

フッ素ゴム	…100重量部
酸化マグネシウム	…3重量部
カーボンブラック	…30重量部
水酸化カルシウム	…6重量部
加硫促進剤(第四級アンモニウム塩)	…1重量部
加硫剤(ビスフェノールAF)	…フッ素ゴムに1

重量%の量で配合。

【0045】このようなフッ素ゴム配合物を金型にて、30kgf/cm²の加圧下170℃の温度で10分間、一次加硫した。得られた一次加硫物を大気圧下230℃の温度で24時間二次加硫した。

【0046】得られた二次加硫物を25℃の比抵抗値が $3 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ の純水にて、98℃の温度で20分間煮沸した後、煮沸水を捨て、新たに新しい純水を入れ、98℃の温度でさらに20分間煮沸した後、得られた成形体を取り出して乾燥した。

【0047】その結果、乾燥して得られた成形体は、常温で $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの雰囲気下で12時間後のリング表面積当りのアウトガス放出量が 2.0×10^{-6} Torr \cdot l/sec \cdot cm²であった。

【0048】また乾燥して得られた成形体を、常温で24時間メチルエチルケトン(MEK)溶剤に浸漬したところ、抽出量は0.005g/cm³であった。また、このような成形体をシール材として用いたところ、チャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物は汚染されなかった。また、短時間でチャンバー内を高真空状態にすることができ、CVD装置にパーティクルが生成することもない。

【0049】

【実施例2】実施例1において、得られた二次加硫物を純水にて、98℃の温度で2時間30分煮沸した後、煮沸水を捨て、新たに新しい純水を入れ、98℃の温度でさらに2時間30分煮沸した以外は、実施例1と同様にして乾燥された成形体を得た。

【0050】その結果、乾燥して得られた成形体は、常温で $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torrの雰囲気下で12時間後のリング表面積当りのアウトガス放出量が 1.8×10^{-6} Torr \cdot l/sec \cdot cm²であった。

【0051】また乾燥して得られた成形体を、常温で24時間メチルエチルケトン(MEK)溶剤に浸漬したところ、抽出量は0.003g/cm³であった。また、このような成形体をシール材として用いたところ、チャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物は汚染されなかった。また、短時間でチャンバー内を高真空状態にすることができ、CVD装置にパーティクルが生成することもない。

【0052】

【比較例1】実施例1において、一次加硫物から直接成形体を得た。得られた成形体は、常温で $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-6}$ Torrの雰囲気下で12時間後のリング表面積当りのアウトガス放出量が 4.1×10^{-6} Torr \cdot l/sec \cdot cm²であった。常温(RT)で、24時間MEK(メチルエチルケトン)に浸漬した時の抽出量が0.035g/cm³であった。

【0053】また、このような成形体をシール材として用いたところ、チャンバーやチャンバー内の半導体など

の被処理物の汚染が認められた。またチャンバー内を高真空状態にする際に比較的長時間を要し、またCVD装置内にパーティクルが生成することがあった。

【0054】

【比較例2】実施例1において、得られた二次加硫物から直接成形体を得た。得られた二次加硫物は、常温で $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-7}$ Torrの雰囲気下で12時間後のOリング表面積当りのアウトガス放出量が 2.2×10^{-7} Torr \cdot l/sec \cdot cm 2 であった。

【0055】また得られた二次加硫物では、常温で 2.4×10^{-7}

* 時間MEKに浸漬したところ、抽出物量は 0.025 g/cm 2 であった。また、このような成形体をシール材として用いたところ、チャンバーやチャンバー内の半導体などの被処理物の汚染が認められた。またチャンバー内を高真空状態にする際に比較的長時間を要し、またCVD装置内にパーティクルが生成することがあった。

【0056】結果を併せて表1に示す。

【0057】

【表1】

表 1

	実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
一次加硫 (℃×分)	170×10	170×10	170×10	170×10
二次加硫 (℃×時間)	230×24	230×24	—	230×24
溶剤 溶剤浸漬 Temp (℃) Time (分×回)	純 水 98 20×2	純 水 98 150×2	—	—
放出ガス測定時の真空度 [Torr]	$10^{-7} \sim 10^{-8}$	$10^{-7} \sim 10^{-8}$	$10^{-5} \sim 10^{-6}$	$10^{-6} \sim 10^{-7}$
12時間後の放出ガス量 [Torr \cdot l/sec \cdot cm 2]	2.0×10^{-8}	1.8×10^{-8}	4.1×10^{-8}	2.2×10^{-7}
RT, メチルエチルケトン 24時間浸漬後の抽出量 [g/cm 3]	0.005	0.003	0.035	0.025

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵

C 08 L 27/12

識別記号

K J G

庁内整理番号

9166-4J

F I

技術表示箇所

(72)発明者 朝比奈 稔

大阪府八尾市安中町5丁目5番5号 日本

バルカー工業株式会社技術研究所内